

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
NATIONAL BOARD OF PATENTS AND REGISTRATION

PCT/FI 03/00073

Helsinki 27.2.2003

REC'D 01 APR 2003

WIPO PCT

ETUOIKEUSTODISTUS
PRIORITY DOCUMENT



Hakija
Applicant

Valtion teknillinen tutkimuskeskus
Espoo

Patenttihakemus nro
Patent application no

20030027

Tekemispäivä
Filing date

08.01.2003

Kansainvälinen luokka
International class

C08B

Keksinnön nimitys
Title of invention

"Menetelmä selluloosakarbamaatin valmistamiseksi"

Täten todistetaan, että oheiset asiakirjat ovat tarkkoja jäljennöksiä Patentti- ja rekisterihallitukselle alkuaan annetuista selityksestä, patenttivaatimuksista, tiivistelmästä ja piirustuksista.

This is to certify that the annexed documents are true copies of the description, claims, abstract and drawings originally filed with the Finnish Patent Office.

Marketta Tehikos

Marketta Tehikos
Apulaistarkastaja

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Maksu 50 €
Fee 50. EUR

Maksu perustuu kauppa- ja teollisuusministeriön antamaan asetukseen 1027/2001 Patentti- ja rekisterihallituksen maksullisista suoritteista muutoksineen.

The fee is based on the Decree with amendments of the Ministry of Trade and Industry No. 1027/2001 concerning the chargeable services of the National Board of Patents and Registration of Finland.

Osoite: Arkadiankatu 6 A Puhelin: 09 6939 500 Telefax: 09 6939 5328
P.O.Box 1160 Telephone: + 358 9 6939 500 Telefax: + 358 9 6939 5328
FIN-00101 Helsinki, FINLAND

BEST AVAILABLE COPY

L1

1

MENETELMÄ SELLULOOSAKARBAMAATIN VALMISTAMISEKSI

Tekniikan ala

5 Keksintö kohdistuu menetelmään karbamaattiselluloosan valmistamiseksi, jossa menetelmässä selluloosan annetaan reagoida vetyperoksidin ja urean kanssa.

10 Karbamaattiselluloosaa voidaan edelleen käyttää alkaaliliuoksena, kuten viskoosiselluloosaa, esimerkiksi kuitujen ja kalvojen valmistukseen ja paperituotteitten lujittamiseen, saostamalla massa selluloosakarbamaatiksi ja tarvittaessa regeneroimalla saatu massa takaisin selluloosaksi.

Tekniikan tausta

15 Kuitujen ja kalvojen valmistaminen selluloosasta viskoosiprossessilla on ollut tunnettua jo yli sata vuotta. Edelleen tänä päivänäkin lähes kaikki selluloosapohjaiset kuidut valmistetaan viskoosimenetelmällä. Se on tunnettu menetelmä, jolla erilaisia lopputuotteen ominaisuuksia saavutetaan muuttamalla materiaali- ja prosessiparametreja. Viskoosimenetelmään liittyy kuitenkin merkittäviä epäkohtia: kehruuliuoksen valmistamiseen kuuluu työläisiä vaiheita, liuottamiseen käytettävä rikkihiili on myrkyllistä, herkästi syttyvää ja palavaa ja sen talteenotto on hankalaa. Osa rikkihiilestä hajoaa lisäksi rikkivedyksi, joka on samoin myrkyllinen ja räjähtävä. Lisäksi viskoosiliuos on epästabiili tuote, jota ei voi varastoida välituotteena vaan kaikki valmistuksen vaiheet täytyy tehdä viiveettä alusta loppuun usein pitämällä massan lämpötila matalana.

25 Tunnetaan useita yrityksiä korvata viskoosimenetelmä ympäristöystävällisemmällä menetelmällä. Lupaavin on ollut selluloosan muuntaminen selluloosakarbamaatiksi urean avulla (kts. esim. D. Klemm et al, Comprehensive Cellulose Chemistry, Wile-VCH 1998). Tämä menetelmä on kuitenkin ilmeisistä eduistaan ja useista tunnetuista yrityksistä huolimatta jäänyt laboratoriomittakaava-asteelle. Syinä ovat olleet ongelmat tuotteen homogeenisuudessa, käytettyjen orgaanisten väli-

2

aineiden (esim hiilivety) tai/ja liuottimien (tavallisesti ammoniakki) talteenotossa ja jäämissä, lopputuotteitten (lähinnä kuitujen) enintään tyydyttävissä ominaisuuksissa ja kehitettyjen menetelmien käyttö-kustannuksissa.

- 5 Tunnetut yritykset menetelmäksi karbamaattisellun valmistamiseksi ovat perustuneet selluarkkien kustuttamiseen alkaaliliuoksessa (merse-
- 10 rointiin) johon on lisätty joissakin tapauksissa ammoniakkia ja/tai muita liuottimia tai kiihdyttämiä. Merseroinnin jälkeen puristamalla osin kuivattu massa käsitellään urealiuoksessa, johon on saatettu lisätä alka-
- 15 lointiainetta, tavallisesti myös ammoniakkia ja mahdollisia liuottimia tai suoloja. Lopuksi urean ja sellun välinen reaktio tehdään uunissa noin 130 C lämpötilassa. Menetelmät ovat vaatineet parasta viskoosisellua, jonka DP-tasoa on laskettu esimerkiksi pitkäaikaisella kypsytyksellä merserointiliuoksessa tai etukäteen tehdyllä säteilytyksellä. Esimerk-
- 15 kejä edellä kuvatuista prosesseista on esitetty patenteissa FI 61033, EP 0 402 606 ja WO 00/08060.

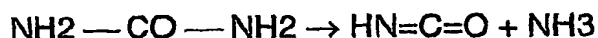
- Eräs ensimmäisiä yrityksiä selluloosakarbamaatin valmistamiseksi on esitetty US-patentissa 2134825. Siinä käytetään urean ja natrium-
- 20 hydroksidin (NaOH) vesiliuosta, johon sellu ensin imeytetään. Imeytyk- sen, seisotuksen ja puristuksen jälkeen massa kuivattiin ja lämmitettiin uunissa selluloosan ja urean välisen reaktion saavuttamiseksi. Paten-
- 25 tissa esitellään joukko kemikaaleja, joilla pyritään parantamaan imey- tystä ja pienentämään liuoksen geelilytymistäipumusta. Tässä patentissa esitetään myös vetyperoksidin käyttö tavoitteena liuoksen viskositeetin alentaminen. Patentin pohjalta tehdyt massat ovat olleet
- 30 kuitenkin ainoastaan osin liukoisia niin, että liuokseen jää runsaasti reagoimatonta kuitua, joka tukkii kehräyssuuttimen. Syynä tähän lienee substituution epätasaisuus. Suomalaisessa patenttihakemuksessa 20020163, joka on tämän hakemuksen tekemispäivänä salainen, on
- 35 esitetty mekanokemiallinen menetelmä, jolla tuotteen laatuun ja homogeneisuuteen liittyvät ongelmat voidaan ratkaista ilman apu- ja lisäaineita käyttämällä pelkästään natriumhydroksidin ja urean vesiliuoksia. Tässä menetelmässä kemikaalien annostelu tehdään hienojauhettuun selluun sumumaisesti leijupeti-tyyppisessä
- 35 sekoittimessa ja massan homogenisointi ja kemikaalien tunkeutuminen

3

kuituihin tehdään mekaanisella muokauslaitteella kuten seulalevypuristimella.

- 5 Kaikissa tunnetuissa selluloosakarbamaatin valmistustekniikoissa käytetään alkaaliliuosta (natriumhydroksidin vesiliuosta) sellun akti-
vointiin (turvottamiseen) kuten perinteisessä sellun merseroinnissa. Tästä poikkeuksena on US-patentissa 2134825 kokeiltu vetyperoksidin käyttöä yhdessä ja ilman natriumhydroksidia sellun aktivointiin tarkoituksena liuoksen viskositeetin laskeminen. Myös mainitussa patentihakemuksessa 20020163 sellun aktivointi perustuu pienen
10 NaOH-määrän käyttöön, joskin tässä vaikutusaika jääkin hyvin lyhyeksi (< 10 min). Hakemuksen 20020163 kuvaamassa uudessa mekanokemiallisessa menetelmässäkin tämä menettely on useissa tapauksissa riittävä ja tyydyttävä. On kuitenkin mahdollista, että mekanokemiallisella menetelmällä halutaan yhdistää selluun
15 funktionaalisia lisäaineita ja/tai kemikaaleja jotka eivät kestä alkaaleja olosuhteita.

- Selluloosakarbamaatti on alkaaliliuokoinen substituoitioasteessa 0,2-0,3. Selluloosakarbamaatin muodostus alkaa kun selluloosa- ja ureaseosta lämmitetään yli jälkimmäisen sulamispisteen (133 C).
20 Kuumennettaessa ureaa hajoaa isosyaanihapoksi ja ammoniakiksi seuraavan reaktiokaavan mukaan:



Isoasyaanihappo on hyvin reaktiivinen ja se muodostaa selluloosan hydroksiryhmien kanssa karbamaatteja seuraavasti:

- 25 $\text{Cell} - \text{OH} + \text{H} - \text{N}=\text{C}=\text{O} \rightarrow \text{Cell} - \text{O} - \text{C} - \text{NH}_2$

Sivureaktiona voi esiintyä urean ja isosyaanihapon reaktio biureetiksi tai syanuurihapon ja muiden isosyaanihapon polymerointituotteiksi.

Keksinnön yleinen kuvaus

- 30 Nyt on keksitty patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä karbamaattiselluloosan valmistamiseksi. Muissa vaatimuksissa esitetään keksinnön eräitä edullisia suoritusmuotoja.

Olemme yllättäen huomanneet, että natriumhydroksidi voidaan korvata kokonaan tai osittain vetyperoksidilla (H_2O_2) sellun esikäsittelyssä ennen nestemäisen urean lisäämistä. Tiedämme myös, että pelkällä urealiuksella ei karbamaattisellun valmistus onnistu. Yllättävää on erityisesti ollut se, että käytettäessä H_2O_2 :ta on optimaalinen urean määrä pienempi kuin vastaavassa NaOH-pohjaisessa prosessissa. Edelleen vetyperoksidin määrä suhteessa selluun on pienempi kuin vastaava NaOH:n määrä. Edellisistä seuraa, että hyötysuhde on korkeampi, kemikaalien kulutus pienempi ja pesussa kierrätettävä materiaalmäärä pienempi. Nämä yhdessä kompensoivat H_2O_2 :n korkeamman hinnan, niin että valmistusprosessin kokonaiskustannukset jäävät alemmaksi kuin vastaavassa NaOH-pohjaisessa prosessissa. Menetelmällä valmistetun karbamaattiselluloosan NMR- ja IR-analyysit osoittavat, että kyseessä on sama selluloosakarbamaatti kuten NaOH-käsitellyn sellun tapauksessa. Vetyperoksidi toimii, kuten tunnetuissa selluloosan käsittelytekniikoissa (lähinnä valkaisussa), alentamalla massan DP-tasoa. DP-taso hallitaan nyt kahta kautta: toisaalta H_2O_2 :n määrällä ja toisaalla mekaanisen muokkauksen määrällä.

Menetelmässä kemikaalien tunkeutuminen kuituun, massan homogenisointi, sellun kiteisyyden alentaminen, tuotteen DP-säätö ja osin myös reaktio tehdään mekaanisella muokkauksella. Muokkauksen jälkeen reaktio viedään loppuun uunissa.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä, jossa alkalointiaine on korvattu kokonaan vetyperoksidilla, edistetään kemikaalien tunkeutumista kuituihin muokkauslaitteessa. Muokkauksen alaisena kuitukimput hajotetaan, kuidun huokoset avautuvat ja neste tunkeutuu kuidun sisään. Vetyperoksidi toimii kuidun aktivoijana, säätää DP-tasoa ja auttaa urean tunkeutumista kuituun. Mekaaninen muokkaus toimii myös massa-kemikaaliseoksen homogenisoijana. Muokkauslaite voi olla seulapuristin, telasekoitin tai ekstruuderit. Reaktio suoritetaan seoksesta jossa on nestettä. Sen määrä seoksesta on esimerkiksi alle 40 %, kuten alle 30 %, parhaiten alle 25 % ja kaikkein parhaiten alle 22 %. Nesteestä esimerkiksi yli 50 %, kuten yli 70 %, ja kaikkein parhaiten yli 97 % on vettä. Selluloosana voidaan käyttää esimerkiksi puuselluloos-

saa, liukosellua tai lintteriä. Parhaiten selluloosa on hienojauhettua selluloosaa (partikkelikoko esim. alle 0,7 mm).

5 Muokkauslaite on mekaaninen muokkauslaite, jossa seosta puristetaan, hierretään ja venytetään useita kertoja. Erityisesti muokkauslaite voi olla seulapuristin, jatkuvatoiminen telasekoitin tai ekstruuderī. Muokkauksen aikana muodostuvan ja/tai systeemiin tuotavan ulkopuolisen lämpöenergian ansiosta myös varsinainen reaktio voidaan suorittaa ainakin osittain muokkauslaitteessa. Muokkaustavalle on tyyppillistä, että selluloosakuidut yhdessä seoksen muitten ainesosien kanssa joutuvat useita kertoja samaan muokkaustapahtumaan, kun tarkastellaan yksittäisen kuidun kulkua.

15 Vetyperoksidi voidaan lisätä ennen ureaa, osittain tai kokonaan samanaikaisesti urean kanssa. Se voidaan lisätä vesiliouksena. Nestemäisten aineiden annostelut selluloosaan voidaan tehdä sumumaaisessa muodossa sekoituslaitteessa, esimerkiksi leijupetisekoittimessa, minkä jälkeen suoritetaan mekaaninen muokkaus ja osittainen reaktio muokkauslaitteessa. Vetyperoksidin määrä suhteessa sellun kuivan painoon on tavallisesti vähintään 1%, edullisesti 1-12%.

20 Keksinnön erään piirteen mukaan muokkauslaite on seulapuristin. Tämä on varmatoiminen. Siinä tukkeutuminen ei tapahdu niin helposti kuin ekstruudereilla tai telasekoittimella.

25 Seulapuristimessa massa puristetaan kanavien läpi. Puristamiseen käytetään tavallisesti pyöriviä teloja. Puristusteho riippuu kanavien halkaisijasta ja pituudesta, kanavien lukumäärästä pinta-alaa kohti sekä kanavamatriisin päällä olevaan massaan kohdistuvasta puristus-
30 paineesta. Tällaisia laitteistoja on erilaisia. Kanavamatriisi voi olla pyörivä sijoitettuna kiinteälle akselille sijoitetun puristustelan alapuolelle. Teloja voi olla useampiakin. Puristustelat voivat olla myös sylinterimäisen pyörivän matriisin sisäpuolella. Matriisia tai teloja voidaan haluttaessa lämmittää tai jäähdyttää.

Keksinnön erään piirteen mukaan massa ajetaan seulapuristimen läpi useita kertoja, esimerkiksi 2 - 10, kuten 4 - 6 kertaa. Tähän voi liittyä

6

seulapuristimen kohdalla seulalevyn vaihto jonkin puristuskerran jälkeen tai kahden erilaisen puristimen käyttämistä peräkkäin. Käytettäessä muita muokkauslaitteita massa voidaan ajaa myös useita kertoja muokkausta suorittavien elinten välistä toistuvan muokkauksen toteuttamiseksi.

Keksinnön erään piirteen mukaan kokonaismuokkaus aika on alle 30 min, kuten alle 20 min, parhaiten alle 15 min, kaikkein parhaiten alle 10 min. Esisekoitus aika on esimerkiksi alle 30 min, parhaiten alle 15 min ja kaikkein parhaiten alle 10 min. Kuivaus- ja reaktio aika riippuu käytetystä lämpötilasta siten, että korkeammassa lämpötilassa aikaa voidaan lyhentää.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä ei tarvita esimerkiksi ammoniakkia, orgaanisia liuottimia tai muita apuaineita. Väliaineena tarvittava vesi saadaan systeemiin lisättävien kemikaalien mukana.

Prosessin laatua voidaan arvioida analysoimalla alkaaliliuotettua karamaattiselluliusta erilaisilla menetelmillä. Tässä käytetään tapauskohtaisesti joitakin tai kaikkia seuraavista menetelmistä, joihin on viitattu jäljempänä:

1) Polymerointiaste (DP) antaa ennusteen lopputuotteen (kuten kuitujen ja kalvojen) mekaanisille ja fysikaalisille ominaisuuksille ja toimii prosessissa laadun valvonnan mittarina. Mitä korkeampi DP-taso on, sen laimeampia liuoksia joudutaan käyttämään tietylle virtausvaatimukselle. Ihanne olisi korkea sellupitoisuus ja riittävän alhainen viskositeetti. Edullista olisi, jos DP:tä voitaisiin säätää tapauskohtaisesti (optimoida tuote- ja ajettavuusominaisuudet). Yleensä viskoosikuituja valmistettaessa DP halutaan alueelle 200-300. Tässä käytetään DP:n määrittämiseen standardin SCAN-CM 15:99 mukaista menetelmää. Menetelmässä määritetään viskositeettisuhde, jonka pohjalta tehdään empiirispohjainen arvio DP:stä (kts. esim J. Gullichsen, H. Paulapuro, Papermaking Science and Technology, Fapet 2000).

2) Tukkeumaluku Kw (suodatusjäämä) kuvaa liukenemattoman aineksen osuutta liuoksessa. Tämä on yleisesti liuoksen laadun arviointiperuste ja erityisesti kuitusuuttimen tukkeumataipumuksen mittari.

5 Tämä analyysi tehdään artikkelin H. Sihtola, Paperi ja puu 44 (1962):5, s.295-300 mukaan. On huomattava, että tulos riippuu jonkin verran käytetystä suodatinkankaasta. Artikkelissa mainittua suodatinta ei ole enää saatavilla, vaan tässä on haettu vastaava. Lukuisten testien jäl-

10 3) Liuoksen tyypipitoisuus kuvaa substituutioastetta. Substituutioasteella tarkoitetaan sitä, kuinka monta substituenttia keskimäärin on kiinnittynyt yhteen glukosiyksikköön. Tässä käytetään VTT BEL:n Kjeltek-laitetta (toimittaja Tecator) tyypipitoisuuden määrittämiseen.

4) Karbamaattisellusta analysoidaan puhtausaste pesemällä ja mittaamalla jäämien osuus.

15 5) Liuoksen viskositeetti mitataan perinteisellä kuulametelmällä (kts. mainittu Sihtolan artikkeli) ja/tai Brookfield-viskometrillä. Viskositeetin säätö on olennainen työstön (suutinvirtaukset ja yleensä massansiirto) kannalta kuten jo mainittiin DP-analyysin kohdalla.

20 6) Liuoksen kuitujäämää arvioidaan myös mikroskooppisesti käyttämällä subjektiivista asteikkoa 1-5 siten, että ääripäät ovat 1: kirkas, täysin kuiduton liuos ja 5: samea, erittäin paljon kokonaisia kuituja, kuitukimppuja ja/tai geelimäistä rakenetta sisältävä liuos.

Piirustusten kuvaus

25 Keksinnön eräitä suoritusmuotoja selostetaan seuraavassa yksityiskohtaisesti viittaamalla tarvittaessa oheliseen piirustukseen, jossa esitetään kolmena poikkileikkauksena erästä seulapuristinta, jossa keksinnön mukainen reaktio voidaan suorittaa.

Keksinnön eräiden suoritusmuotojen yksityiskohtainen kuvaus

30 Kuvion 1 mukaisessa seulapuristimessa 1 on kiinteään astiaan 2 sijoitettu käyttöakseli 3, jolle on kiinnitetty vaakasuora tela-akseli ja sen päihin on laakeroitu telat 4. Astian pohjana on seulalevymatriisi 5, jota vasten telat kierivät, kun käyttöakselia pyöritetään. Seulalevymatriisi on

8

vaihdettavissa. Astian sivuseinät ja matriisi muodostavat vaipan, jonka läpi voidaan johtaa lämmönsiirtoainetta. Myös telat voidaan varustaa lämmönsiirtolaittein. Pyörivät telat puristavat astiaan syötetyn massan seulalevymatriisin reikien läpi, jolloin massa tiivistyy pelleteiksi. Puristusteho riippuu kanavien halkaisijasta ja pituudesta, kanavien lukumäärästä pinta-alaa kohti sekä telojen matriisin päällä olevaan massaan kohdistamasta puristuspaineesta.

Seuraavissa esimerkeissä käytetään erilaisia reseptejä ja muokkausmenetelmänä seulapuristinta. Yhteistä kaikille on kemikaaliannostelun tekeminen erätyyppisesti leijupetisekoittimessa. Seulalevypuristinta käytetään massan homogenisointiin ja osin reaktioon ajamalla massa useita kertoja puristimen läpi. Esimerkeissä verrataan NaOH- ja H₂O₂-pohjaista reseptiä keskenään.

Tässä hakemuksessa prosenttimäärät ovat painoprosentteina, ellei muuta ole ilmaistu.

Esimerkeissä 1-8 on sama liukosellutyyppi. Käytetään erilaisia NaOH- ja H₂O₂-määriä ja ureapitoisuuksia. Mekaaninen muokkaus suoritetaan seulalevypuristimella, jossa 10 läpiajokertaa.

Kemikaalien annostelu tehdään erätyyppisessä leijupetisekoittimessa niin, että massa annostelun aikana liikkuu koko ajan ja kemikaalit lisätään sumumaisesti mahdollisimman suuren homogeenisuuden saavuttamiseksi. Molemmat kemikaalit annostellaan peräkkäin, ensin H₂O₂ tai NaOH ja sitten urea, eri väkevyyden vesiliuoksina niin, että kokonaiskosteus on taulukossa ilmoitettu. Selluloosa on hlenojauhettu seulakokoon 0.3 mm.

Seulalevymuokkaus tehdään jatkuvatoimisella seulalevylaitteella, jossa syöttö tehdään ruuvisyöttimellä. Syöttömäärä valitaan niin, että materiaalia ei ala kertyä pyörien eteen, päälle tai sivuille vaan kaikki syötetty materiaali puristuu matriisin rei'stä läpi. Matriisin ulosvirtauspuolella materiaali leikataan leikkurilla granulaateiksi ja tarvittaessa syötetään takaisin puristimeen.

9

Seulalevypuristuksen prosessi- ja ajoparametrit:

Reikien halkaisija ja pituus D/H mm	3/40
Reikien lkm	120
Reikäjaon sisä-/ulkohalkaisija d/D mm	160/190
Puristinrullien lkm ja halkaisija D1 mm	2/150
Rullan pyörimisnopeus rpm	10-20
Läpiajokertojen lkm	10

Seuraavassa taulukossa on esitetty eri koeajojen reseptit. Sellutyyppi on kaikissa sama (havupuuliukosellu, DP 1900, hienojaattuna kokoon 0.3 mm). Taulukossa on esitetty kemikaalien annostelumäärät (suhteessa pelkän sellun kuivapainoon) ja laskettu kokonaisvesipitoisuus seoksen koko massasta:

Taulukko 1. Esimerkkikoeajojen annostelusuhteet. Esimerkit 1-4 NaOH-reseptillä ja 5-8 H₂O₂-reseptillä.

Koe nro	H ₂ O ₂ % sellusta	NaOH % sellusta	Urea % sellusta	Vesi % koko mas- sasta
0506	-	7	72	24
1806B	-	7	72	24
2606	-	7	72	24
2706B	-	9,2	91	26,1
2708	10,8	-	72,0	25,8
0209	7,0	-	42,0	21,3
1309	3,8	-	30,8	24,0
0710	3,0	-	30,0	20,4

10

Muokkauksen jälkeen reaktio viedään loppuun uunissa, jossa T = 135 °C ja pitoaika t = 4 h ja lopuksi massa jauhetaan kiekkojauhimmella. Näin saatujen karbamaattisellujen ominaisuudet ovat seuraavat:

15

10

Taulukko 2. Esimerkkikoeajojen analyysitulokset.

Koe Nro	Polyme- rointiaste DP	Tukkeu- maluku Kw	Liuoksen väkevyy- s %	Kuulavis- kositeetti S	Typpi N%	Puh- taus- aste %	Liuoksen Laatu
1	230	1900	5	12			1
2	700	6400					3
3	200	400	7	40		69,7	1
4	160	553	2,5	51		66,2	1
5	130	627	8	199	2,4	69,1	1
6	160	1489	7	58	2,5	79,6	1
7	400		5	140	1,5	84,5	3
8	300	570	7	18		82,6	1

Keksintöä ei ole rajoitettu edellisen selostuksen esimerkkeihin, vaan sitä voidaan muunnella patenttivaatimusten esittämän keksinnöllisen ajatuksen puitteissa.

5

L 2

11

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä karbamaattiselluloosan valmistamiseksi, jossa menetelmässä selluloosaan imeytetään ureaa ja suoritetaan selluloosan ja urean välinen reaktio seoksessa, jossa on selluloosaa, nestettä ja ureaa, **tunnettu** siitä, että seoksessa käytetään myös vetyperoksidia ja urean ja vetyperoksidin imeyttämistä selluloosakuidun ytimeen asti edistetään ja/tai selluloosan ja urean välinen reaktio ainakin osittain suoritetaan saattamalla seoksen komponentit toistuvasti muokkauksen alaiseksi muokklauslaitteessa, esimerkiksi seulapuristimessa (1).
2. Vaatimuksen 1 mukainen menetelmä, jossa nesteen määrä seoksesta on alle 40 %, kuten alle 30 %, parhaiten alle 25 % ja kaikkein parhaiten alle 22 %.
3. Jonkin vaatimuksen 1 - 2 mukainen menetelmä, jossa nesteestä yli 50 %, kuten yli 70 %, kaikkein parhaiten yli 97 % on vettä.
4. Jonkin vaatimuksen 1 - 3 mukainen menetelmä, jossa vetyperoksidin ja urean vesiliuokset esisekoitetaan selluloosaan erikseen leijupetisekoittimessa siten, että nestemäiset aineet lisätään ruiskuttamalla sumumaisesti.
5. Jonkin vaatimuksen 1 - 4 mukainen menetelmä, jossa muokkaus-aika on alle 30 min, kuten alle 20 min, parhaiten alle 15 min, kaikkein parhaiten alle 10 min.
6. Jonkin vaatimusten 1 - 5 mukainen menetelmä, jossa selluloosa on puuselluloosaa tai liukoselluloosaa tai lintteriä.
7. Jonkin vaatimusten 1 - 6 mukainen menetelmä, jossa selluloosa on hienojauhettu raekokoon < 2 mm, parhaiten alle 1 mm ja kaikkein parhaiten alle 0.7 mm.

L 3

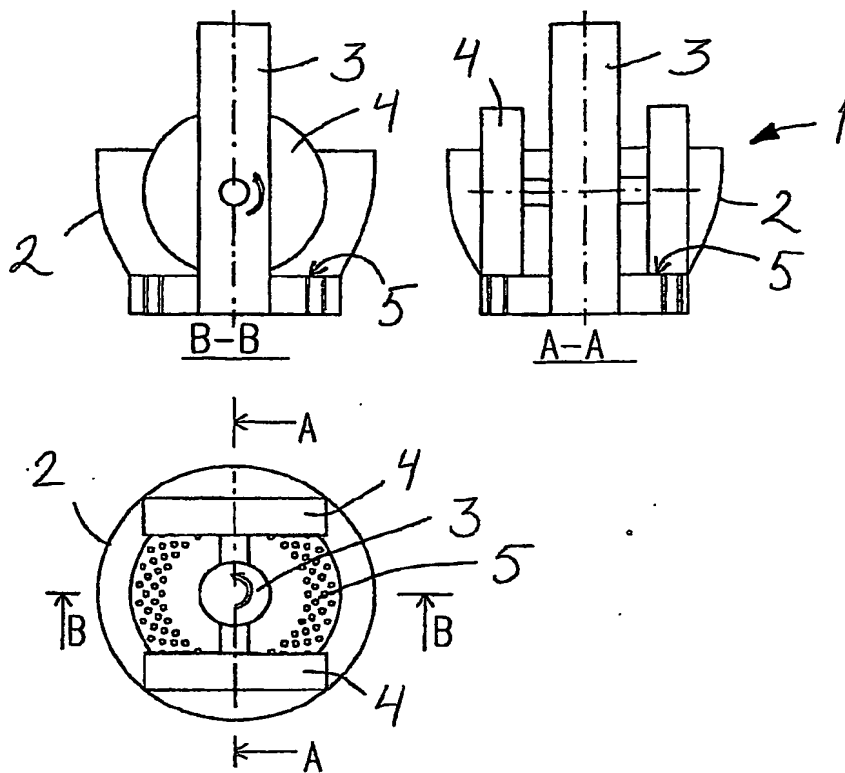
12

Tiivistelmä

Keksintö koskee menetelmää selluloosakarbamaatin valmistamiseksi. Menetelmässä selluloosaan imeytetään vetyperoksidin ja urean vesilluosta ja suoritetaan selluloosan ja uran välinen reaktio seoksessa, jossa on selluloosaa, nestettä, vetyperoksidia ja ureaa. Vetyperoksidin ja urean imeyttäminen selluloosaan ja selluloosan ja urean välinen reaktio ainakin osittain suoritetaan muokauslaitteessa, jossa seos saatetaan toistuvan muokkauksen alaiseksi, kuten seulalevypuristimessa. Keksinnön mukaisesti voidaan valmistaa selluloosakarbamaattia ilman orgaanisia liuottimia tai muita apuaineita vain pientä määrää vettä väliaineena käyttäen. Valmistetusta selluloosakarbamaatista saadaan korkealuokkainen alkaaliliuos, jolla voidaan korvata viskoosimassa muun muassa kuitusovelluksissa.

L4

1



Kuva 1

BEST AVAILABLE COPY